

51

Int. Cl. 2:

**C 09 D 17/00**19 **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

C 09 B 67/00

**DEUTSCHES PATENTAMT****DE 27 30 223 A 1**

11

**Offenlegungsschrift 27 30 223**

21

Aktenzeichen:

P 27 30 223.4

22

Anmeldetag:

5. 7. 77

43

Offenlegungstag:

25. 1. 79

54

Unionspriorität:

52 53 51

54

Bezeichnung:

Wäßrige Pigmentdispersionen

71

Anmelder:

BASF AG, 6700 Ludwigshafen

72

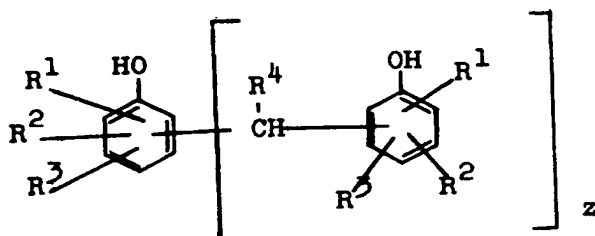
Erfinder:

Belde, Horst, Ing.(grad.), 6700 Ludwigshafen;  
 Burkhardt, Hans, Dipl.-Chem. Dr., 6703 Limburgerhof;  
 Oppenlaender, Knut, Dipl.-Chem. Dr., 6700 Ludwigshafen;  
 Stork, Karl, Dipl.-Chem. Dr., 6840 Lampertheim

**DE 27 30 223 A 1**

Patentansprüche

1. Wässrige Pigmentdispersionen zum Färben von wässrigen oder mit Wasser verdünnbaren Lacken, enthaltend - bezogen auf (a + b + c) -
- a) 10 bis 50 Gewichtsprozent eines feinverteilten Pigments,
  - b) 2 bis 20 Gewichtsprozent eines wasserlöslichen, oberflächenaktiven Mittels oder eines Gemisches solcher Mittel, die durch Umsetzen von Kondensationsprodukten der Formel



in der  $\text{R}^1$  und  $\text{R}^2$  Wasserstoff oder ein gesättigtes Alkyl mit 1 bis 14 C-Atomen und wobei  $\text{R}^1$  und  $\text{R}^2$  gleich oder verschieden sein können,  $\text{R}^3$  Wasserstoff, Hydroxyl oder, wenn  $\text{R}^1$  oder  $\text{R}^2$  Wasserstoff ist, 2-(p-Hydroxyphenyl)-propyl-(2),  $\text{R}^4$  Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen und z eine ganze Zahl zwischen 1 und 9 bedeuten, mit n Mol Äthylenoxid je Äquivalent phenolischer Hydroxylgruppe und gegebenenfalls folgender Umsetzung mit bis zu  $\frac{n}{2}$  Mol Propylenoxid je Äquivalent phenolischer Hydroxylgruppe oder mit einem Mol Maleinsäureanhydrid oder Glutarsäureanhydrid je Äquivalent freier Hydroxylgruppe erhalten werden und wobei n eine Zahl zwischen 3 und 40 bedeutet

und

- c) 30 bis 88 Gewichtsprozent Wasser oder einer Mischung aus Wasser und Wasserrückhaltemitteln.

2730223

2. Pigmentdispersionen gemäß Anspruch 1, gekennzeichnet durch einen Gehalt an (b), das durch Umsetzung der Kondensationsprodukte mit 10 bis 20 Mol Äthylenoxid je Äquivalent phenolischer Hydroxylgruppe und gegebenenfalls folgender Umsetzung mit 1 Mol Maleinsäureanhydrid oder Glutarsäureanhydrid je Äquivalent freier Hydroxylgruppe erhalten wird.
3. Pigmentdispersionen gemäß den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß a) anorganische Pigmente sind.
4. Pigmentdispersionen gemäß den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß a) organische Pigmente sind.
5. Pigmentdispersionen gemäß den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß diese als a) Azopigmente, Chinacridonpigmente, anthrachinoide Pigmente, Pigmente auf der Basis von Perylen 3,4,9,10-tetracarbonsäure, Phthalocyanine, halogenierte Phthalocyanine, Oxazinpigmente oder Gemische verschiedener Pigmente enthalten.
6. Verwendung der Pigmentdispersionen gemäß den Ansprüchen 1, 2, 3, 4 oder 5 zum Färben von wäßrigen oder von mit Wasser verdünnbaren Lacken.

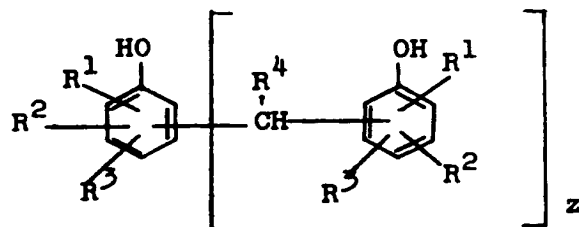
Wäßrige Pigmentdispersionen

Die Erfindung betrifft wäßrige Pigmentdispersionen, die ausgezeichnet zum Einfärben von wäßrigen oder von mit Wasser verdünnbaren Lacken geeignet sind.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, wäßrige Pigmentdispersionen aufzufinden, die sich in wäßrigen oder in mit Wasser verdünnbaren Lacken einarbeiten lassen, ohne die Eigenschaften der mit solchen Lacken erhaltenen Überzüge nachteilig zu beeinflussen.

Es wurde gefunden, daß man einwandfreie und beständige farbige Überzüge oder Lackierungen mit wäßrigen oder mit wasserverdünnbaren Lacken erhält, wenn man zum Färben wäßrige Pigmentdispersionen verwendet, die - bezogen auf (a + b + c) -

- a) 10 bis 50 Gewichtsprozent eines feinverteilten Pigments,
- b) 2 bis 20 Gewichtsprozent eines wasserlöslichen, oberflächenaktiven Mittels oder eines Gemisches solcher Mittel, die durch Umsetzen von Kondensationsprodukten der Formel



in der  $\text{R}^1$  und  $\text{R}^2$  Wasserstoff oder ein gesättigtes Alkyl mit 1 bis 14 C-Atomen und wobei  $\text{R}^1$  und  $\text{R}^2$  gleich oder verschieden sein können,

$\text{R}^3$  Wasserstoff, Hydroxyl, oder wenn  $\text{R}^1$  oder  $\text{R}^2$  Wasserstoff ist, 2-(p-Hydroxyphenyl)-propyl-(2),

$\text{R}^4$  Wasserstoff oder Alkyl mit 1 bis 6 C-Atomen und

z eine ganze Zahl zwischen 1 und 9

bedeuten, mit n Mol Äthylenoxid je Äquivalent phenolischer Hydroxylgruppe und gegebenenfalls folgender Um-

2730223

setzung mit bis zu  $\frac{n}{2}$  Mol Propylenoxid je Äquivalent phenolischer Hydroxylgruppe oder mit einem Mol Maleinsäureanhydrid oder Glutarsäureanhydrid je Äquivalent freier Hydroxylgruppe erhalten werden und wobei n eine Zahl zwischen 3 und 40 bedeutet

und

- c) 30 bis 88 Gewichtsprozent Wasser oder einer Mischung aus Wasser und Wasserrückhaltemitteln enthalten.

Mit den erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen erhält man in wäßrigen oder mit wasserverdünnbaren Lacken farbstarke und farbtoneine Überzüge. Die Überzüge weisen außerdem hervorragende Beständigkeit gegen Wasser auf.

Als Pigmente (a) kommen anorganische oder organische in Betracht. Als anorganische Pigmente sind z.B. Ruß, Eisenoxide, Titandioxid, Chromgelb, Molybdatorange, Nickeltitangelb zu nennen.

Als organische Pigmente kommen z.B. Azopigmente, Chinacridonpigmente, anthrachinoide Pigmente, Pigmente auf der Basis von Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäure und deren Diimiden, Phthalocyanine, halogenierte Phthalocyanine und Oxazinpigmente in Betracht.

Die wasserlöslichen, oberflächenaktiven Verbindungen (b) werden durch Anlagerung von 3 bis 40, vorzugsweise von 10 bis 20 Mol Äthylenoxid und gegebenenfalls folgender Anlagerung von bis zu 20, vorzugsweise von bis zu 10 Mol Propylenoxid je Äquivalent phenolischer Hydroxylgruppe an Verbindungen der Formel I, erhalten. Dabei darf je Mol Äthylenoxid nicht mehr als 0,5 Mol Propylenoxid angewendet werden.

Gegebenenfalls wird das Äthylenoxidaddukt mit einem Mol Malein- oder Glutarsäureanhydrid je Äquivalent freier Hydroxylgruppe umgesetzt.

2730223

Die Oxalkylierung von (I) erfolgt in bekannter bzw. an sich bekannter Weise, vorzugsweise in Gegenwart von alkalischen Katalysatoren, wie Alkalihydroxiden, bei Temperaturen zwischen 100 und 210°C, vorzugsweise bei 120 bis 150°C. Die Konzentration an Katalysator liegt zwischen 0,05 und 5, vorzugsweise zwischen 0,1 und 3 Gewichtsprozent, bezogen auf (I) zu Beginn der Oxalkylierung. Die Oxalkylierung erfolgt zweckmäßigerweise in inerten organischen Lösungsmitteln, wie Xylol, Toluol, Benzol, Dioxan, Tetrahydrofuran, N,N-Dimethylformamid oder N-Methylpyrrolidon oder aber in Abwesenheit von Lösungsmitteln, wenn der Erweichungspunkt der Harze (Kondensationsprodukte) unterhalb der Oxalkylierungstemperatur liegt, so daß ein rührbares Gemisch entsteht.

Die Oxalkylierung erfolgt in bekannter Weise unter Stickstoffdruck im Rührautoklaven, wobei die Äthylenoxide gasförmig oder flüssig in das Reaktionsgefäß gebracht werden können.

Die Umsetzung der Äthylenoxidaddukte mit Malein- oder Glutarsäureanhydrid erfolgt vorteilhafterweise in Dioxan oder anderen inerten Lösungsmitteln. Dioxan ist bevorzugt, da die bei der Oxäthylierung erhaltene Lösung direkt mit der berechneten Menge des Säureanhydrids bei 50 bis 80°C umgesetzt werden kann. Je Moläquivalent freier Hydroxylgruppe verwendet man ein Mol Malein- oder Glutarsäureanhydrid an. Die Reaktion ist in der Regel bei 50 bis 80°C in 3 Stunden beendet.

Die Herstellung der Halbesten kann jedoch auch lösungsmittelfrei durch Zusammengeben der Komponenten erfolgen. Hierzu werden vorteilhafterweise die häufig flüssigen Oxäthylierungsprodukte zur vorgelegten Schmelze der genannten Dicarbonsäureanhydride (Temperatur: 60 bis 90°C) gegeben. In gleicher Weise können auch Dioxanlösungen der Oxäthylierungsprodukte umgesetzt werden.

Nach der Umsetzung wird das Dioxan unter vermindertem Druck entfernt und aus dem Rückstand durch Zugabe von Wasser eine 40- bis 60-gewichtsprozentige Lösung des oberflächenaktiven Mittels eingestellt.

-6-

809884/0049

2730223

Aus anwendungstechnischen Gründen sind als oberflächenaktive Mittel solche Produkte (b) bevorzugt, die bezogen auf 1 Äquivalent phenolischer Hydroxylgruppe 10 bis 20 Mol Äthylenoxid enthalten und deren Umsetzungsprodukte mit einem Mol Maleinsäureanhydrid oder Glutarsäureanhydrid je Äquivalent freier Hydroxylgruppe.

Die Kondensationsprodukte der Formel (I) sind als solche bekannt oder werden in an sich bekannter Weise durch Kondensation der entsprechenden Phenole mit Aldehyden der Formel

$R^4 - \overset{H}{C} = O$ , vorzugsweise in Gegenwart von sauren Katalysatoren erhalten. Das Verhältnis von Aldehyd zu Phenol kann im Verhältnis von 1 : 2 bis 9 : 10 Mol variiert werden. Dabei wird die Zahl der Kerne in (I) durch Verändern des Verhältnisses in Richtung von 1 : 1 größer. Anstelle der freien Aldehyde können auch äquivalente Mengen an Aldehyd abgebenden Verbindungen wie Urotropin für Formaldehyd verwendet werden.

Als phenolische Komponenten der Verbindungen der Formel I sind zu nennen: Phenol, Resorcin, o- und p-Kresol, Isopropylphenol, sek.-Butylphenol, tert.-Butylphenol, 1-Octylphenol, 1-Nonylphenol, 1-Dodecylphenol, 1-Decylphenol, Tetradecylphenol, Di-tert.-butylphenol, tert.-Butyl-1-octylphenol, Di-1-octylphenol, Di-1-nonylphenol, Didecylphenol, Didodecylphenol, Ditetradecylphenol oder Gemische davon.

Als Aldehyde oder Aldehyd abgebende Verbindungen kommen Acetaldehyd, Propionaldehyd, n-Butyraldehyd, 2-Äthylhexenal, 2-Äthylhexanal, Urotropin, Paraldehyd, insbesondere Formaldehyd und Isobutyraldehyd in Betracht.

Bevorzugt sind Kondensationsprodukte der Formel (I), in der  $R^4$  für Wasserstoff oder  $C_1$ - bis  $C_4$ -Alkyl und z für eine Zahl zwischen 2 und 6 steht, da aus diesen besonders wirksame oberflächenaktive Verbindungen erhalten werden.

Die Kondensation der Phenole zu (I) erfolgt vorteilhafterweise in Gegenwart von Mineralsäuren wie Schwefelsäure, Alkylbenzol-

-7-

809884/0048

2730223

sulfonsäuren, Phosphorsäure oder Salzsäure, wobei Mengen von 0,1 bis 5 Gewichtsprozent, bezogen auf das Phenol ausreichend sind. Als Katalysatoren können mit gleichem Erfolg auch andere Säuren wie Oxalsäure, Toluolsulfonsäure oder auch Lewissäuren, wie  $\text{ZnCl}_2$ , Borfluoridhydrat oder auch saure Ionenaustauscher verwendet werden.

Die Kondensation erfolgt bei Temperaturen zwischen Raumtemperatur und  $150^\circ\text{C}$ , vorzugsweise zwischen  $80$  und  $130^\circ\text{C}$ , gegebenenfalls unter einer Inertgasatmosphäre.

Um die Kondensationsprodukte oxalkylieren zu können, muß nach der Beendigung der Kondensation das vorhandene Wasser entfernt werden, z.B. durch Abdestillieren vorteilhafterweise unter vermindertem Druck oder durch Sprühtrocknung oder während der Reaktion mit organischen Schleppmitteln wie Octan, Toluol, Xylol ausgekreist werden. Der Wassergehalt im Kondensationsprodukt (I) soll weniger als 0,3 Gewichtsprozent, bezogen auf das Harz, betragen.

Das Schleppmittel kann als Verdünnungsmittel für die Oxalkylierungsreaktion zunächst im Reaktionsprodukt verbleiben.

Die Kondensationsprodukte sind mehr oder weniger spröde, klare Harze. Sie sind Gemische aus durch Methylenbrücken verknüpften (Alkyl)-Phenolen.

Die Herstellung der wäßrigen erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen erfolgt in an sich bekannter Weise durch Dispergieren oder Homogenisieren des Pigmentes in trockener Form oder in Form des wäßrigen Preßkuchens zusammen mit den wasserlöslichen oberflächenaktiven Mitteln (b) im Knetter, in Sandmühlen, in Attritoren oder Kugelmühlen.

Der Dispergiervorgang wird solange durchgeführt bis die gewünschte oder erforderliche Feinverteilung des Pigmentes erreicht ist.



2730223

Der Mischung können während der Dispergierung oder danach noch weitere in wäßrigen Zubereitungen übliche Hilfsmittel, wie Wasserrückhaltemittel oder Desinfektionsmittel oder pH-Regulatoren wie Amine (Di- oder Triäthanolamin), Ammoniak, Natronlauge zugegeben werden.

Die erfindungsgemäßen Pigmentdispersionen eignen sich hervorragend zum Färben von wäßrigen oder von mit Wasser verdünnbaren Einbrennlacken, z.B. auf der Basis von wasserlöslichen Acrylat/Melaminharzen. Ein nachteiliger Einfluß des wasserlöslichen, oberflächenaktiven Mittels auf den Überzug ist nicht feststellbar, wenn die für die Dispergierung von Pigmenten üblichen Mengen an (b) verwendet werden. So ist z.B. bei Zusätzen von bis zu 4 Gewichtsprozent an oberflächenaktiven Mitteln, bezogen auf das Harz, nach 16-stündiger Lagerung in Wasser von 60°C praktisch keine Verschlechterung der Wasserquellbarkeit festzustellen.

Die folgenden Ausführungsbeispiele sollen die Erfindung weiter erläutern.

Die Prozentangaben beziehen sich auf das Gewicht.

#### Beispiel 1

- a) 450 g Kupferphthalocyanin der  $\alpha$ -Modifikation und 90 g des unter b) beschriebenen Umsetzungsproduktes werden unter Zusatz einer 1 : 1 Mischung aus Wasser und Dipropylenglykol geknetet. Das Knetgut wird dann mit Wasser und Dipropylenglykol verdünnt bis die flüssige Pigmentzubereitung 35, % Pigment und 10 % Dipropylenglykol enthält.

Die Zubereitung enthält das Pigment in optimaler Feinverteilung und kann deshalb leicht in wäßrige oder mit Wasser verdünnbare Einbrennlacke eingearbeitet werden, z.B. mittels Rührer. Auch bei sehr starken Färbungen wird mit wäßrigem Einbrennlack die Quellbarkeit des erhaltenen Lackfilms in Wasser nicht negativ beeinflusst. Nach 16-stündiger Lagerung in Wasser von 60°C war die Lackierung noch einwandfrei.

2730223

- b) Das Kondensationsprodukt aus p-tert.-Butylphenol und Urotropin (1,2 : 1 Mol) wird analog wie in Beispiel 2 a) mit 6 Mol Äthylenoxid je Äquivalent Hydroxylgruppe umgesetzt. Die erhaltene Dioxanlösung des Oxäthylates wird dann mit einem Mol Glutarsäureanhydrid je Äquivalent freier Hydroxylgruppe bei 50 bis 80°C umgesetzt (Dauer: 3 Stunden). Das Dioxan wird entfernt und durch Zugabe von Wasser eine ca. 50-prozentige wäßrige Lösung eingestellt.

### Beispiel 2

- a) 450 g Kupferphthalocyanin der  $\beta$ -Modifikation und 90 g des nach b) hergestellten oberflächenaktiven Mittels werden wie in Beispiel 1 beschrieben zu einer Pigmentzubereitung verarbeitet.  
Man erhält eine Zubereitung, welche die gleichen guten Eigenschaften aufweist wie die nach Beispiel 1 erhaltene Zubereitung.
- b) a) 206 g Isooctylphenol (1 Mol) und 200 g Xylol werden mit 2 g p-Toluolsulfonsäure versetzt. Bei 80 bis 100°C werden unter Rühren 100 g 30-prozentige Formaldehyd-Lösung zugetropft. Die Temperatur wird langsam bis 160°C erhöht. Dabei wird zunächst das Wasser am Wasserabscheider ausgekreist und später das Xylol - zuletzt unter Vakuum bei 20 Torr - abdestilliert. Man erhält ein hellbraunes Harz mit einem Erweichungspunkt von 118°C.  
Ausbeute: 220 Gramm.
- $\beta$ ) Das Harz a) (220 g) wird zusammen mit 220 g Dioxan in einem Autoklaven vorgelegt und 2,2 g KOH-Pulver zugefügt. Bei 120°C und 3 atü werden nun zunächst unter Rühren 660 g (15 Mol) Äthylenoxid und anschließend bei 130°C und 3 atü 174 g (3 Mol) Propylenoxid portionsweise aufgepreßt. 3 Stunden nachrühren. Das Dioxan wird bei 70°C und 20 Torr abgezogen.  
Trübungspunkt in 1-prozentiger wäßriger Lösung: 37°C.

### Beispiel 3

- a) 70 g C.I. Pigment Green 7, C.I. Nr. 74 260, 7 g des nach b) hergestellten oberflächenaktiven Mittels, 20 g Glykol und 103 g Wasser werden durch Mahlung in einem Attritor dispergiert.
- Die erhaltene Zubereitung läßt sich problemlos in wäßrige Einbrennlacke durch Rühren einarbeiten. Die Wasserqueillbarkeit des Lackfilms wird durch die Pigmentzubereitung bei üblichen Zusatzmengen nicht beeinträchtigt.
- b) α) 1 130 g (5 Mol) 2,2-Bis-(p-hydroxyphenyl)-propan werden in 950 ml Xylol gelöst und mit 11 g (1 %) Oxalsäure versetzt. Bei 80 bis 100°C werden unter Rühren 250 g (2,5 Mol) 30-prozentige Formaldehydlösung zugetropft. Die Temperatur wird langsam auf 160°C erhöht. Dabei wird zunächst das Wasser am Wasserabscheider ausgekreist und dann das Xylol - zuletzt unter vermindertem Druck bei 20 Torr - abdestilliert. Man erhält ein helles Harz mit einem Erweichungspunkt von 92°C.
- Ausbeute: 1 185 Gramm.
- β) 240 g des Harzes α) werden mit 200 g Dioxan und 2,4 g KOH in einem Rührautoklaven vorgelegt. Bei 120°C und 3 atü werden unter Rühren 660 g (15 Mol) Äthylenoxid portionsweise aufgepreßt. Das Dioxan wird bei 70°C und 20 Torr abgezogen.
- Trübungspunkt in 1-prozentiger wäßriger Lösung: 98°C.

### Beispiel 4

- a) 70 g C.I. Pigment Black 7 (Ruß) mit einer BET-Oberfläche von 83 m<sup>2</sup>/g und 14 g des nach b) hergestellten oberflächenaktiven Mittels werden nach der Zugabe von Wasser geknetet. Das Knetgut wird mit Wasser zu einer 25 % Pigment enthaltenden Zubereitung verdünnt.
- Die Zubereitung bietet im Vergleich zum reinen Ruß leichte Handhabung (gute Wasserbenetzbarkeit, nicht staubend, opti-

male Feinverteilung), ohne daß die Qualität des Lackfilms beeinträchtigt wird.

b) α) 990 g (9 Mol) Resorcin werden zusammen mit 10 g p-Toluolsulfonsäure in ca. 800 ml Xylol gelöst. Bei 80 bis 100°C werden unter Rühren langsam 712 g (10 Mol) Isobutyraldehyd zugetropft. Die Temperatur wird langsam auf 160°C erhöht. Dabei wird zunächst das Wasser am Wasserabscheider ausgekreist und dann das Xylol - zuletzt unter einem Druck von 20 Torr - abdestilliert. Man erhält ein rötliches Harz mit einem Erweichungspunkt von 172°C. Ausbeute: 1 492 Gramm.

β) 340 g des Harzes α), 3,4 g KOH-Pulver und 200 g Dioxan werden in einem Rührautoklaven vorgelegt. Bei 120°C und 3 atü werden unter Rühren 660 g (15 Mol) Äthylenoxid portionsweise aufgepreßt. Das Dioxan wird bei 70°C und 20 Torr abgezogen. Trübungspunkt in 1-gew.%iger wäßriger Lösung: 36°C.

#### Beispiel 5

a) 60 g Pigment Yellow 108, C.I. Nr. 68 420, 12 g des nach b) hergestellten oberflächenaktiven Mittels und 0,6 g Natriumsalz des Pentachlorphenols werden nach der Zugabe einer 1 : 1 Mischung aus Wasser und Dipropylenglykol eine Stunde geknetet. Das Knetgut wird dann durch Verdünnen mit Wasser und Dipropylenglykol auf einen Pigmentgehalt von 25 % eingestellt. Die Zubereitung enthält 10 % Dipropylenglykol.

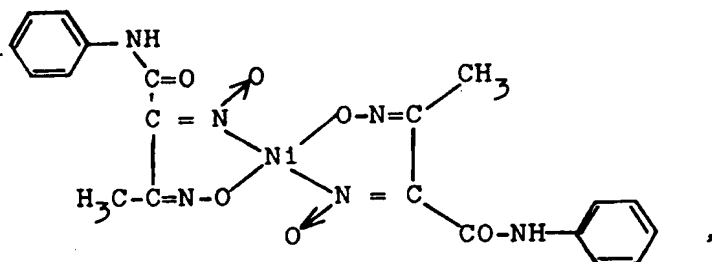
b) (Herstellung des Dispergiermittels)

Das Kondensationsprodukt aus 2,2-Bis-(4-hydroxyphenyl)propan und Formaldehyd (1 : 0,5 Mol) wird wie in Beispiel 2b) β) angegeben mit 15 Mol Äthylenoxid je Äquivalent phenolischer Hydroxylgruppe umgesetzt und das Verfahrensprodukt isoliert.

2730223

Beispiel 6

a) 75 g des Pigments der Formel



21 g des unten beschriebenen oberflächenaktiven Mittels und 19 g Wasser werden eine Stunde geknetet. Das Knetgut hat dann eine Temperatur von 62°C und wird durch Zugabe von Wasser auf einen Pigmentgehalt von 25 % eingestellt. Durch eine Nachmahlung in der Rührwerkskugelmühle wird eine Feinst-dispergierung erzielt.

Die erhaltene Pigmentpräparation läßt sich in wäßrigem Einbrennlack durch Rühren einarbeiten und homogen verteilen. Die erhaltene Lackierung ist in Wasser nicht quellbar.

b) Herstellung des oberflächenaktiven Mittels:

Ein Kondensationsprodukt aus 1-Octylphenol und Urotropin (1,2 : 0,7 Mol) wurde wie in Beispiel 2b) 3) mit 10 Mol Äthylenoxid je Äquivalent phenolischer Hydroxylgruppe und anschließend das Oxäthylierungsprodukt analog Beispiel 1b) mit Glutarsäureanhydrid umgesetzt.

Beispiel 7

a) Man verfährt wie in Beispiel 6, verwendet jedoch als Pigment 6,14-Dichlorpyranthron und das unten beschriebene Produkt als oberflächenaktives Mittel.

Die erhaltene Zubereitung hat die gleichen vorteilhaften anwendungstechnischen Eigenschaften wie die nach Beispiel 6 erhaltene Zubereitung.

-13-

809884/0048

b) Herstellung des oberflächenaktiven Mittels:

Das Kondensationsprodukt aus Phenol und Acetaldehyd (1 : 1,2 Mol) wurde wie in Beispiel 2 b) B) mit 10 Mol Äthylenoxid je Äquivalent Hydroxylgruppe und anschließend analog Beispiel 1 b) mit einem Mol Maleinsäureanhydrid je Moläquivalent Hydroxylgruppe im Äthylenoxidaddukt umgesetzt.

Ein gleich gutes Ergebnis erhält man, wenn man die gleiche Menge von einem der folgenden oberflächenaktiven Mittel verwendet:

Kondensationsprodukt aus	Mol-verhältnis	umgesetzt mit Mol Äthylenoxid +)	dann mit 1 Mol +)
4,4-Dihydroxydiphenylpropan/Acetaldehyd	1 : 0,5	10	MSA
Resorcin/Isobutyraldehyd	1 : 1	12	GSA
1-Octylphenol/Urotropin	1,2 : 0,7	10	GSA

+ ) je Äquivalent Hydroxylgruppe

MSA = Maleinsäureanhydrid      GSA = Glutarsäureanhydrid.

Beispiel 8

a) Man arbeitet wie in Beispiel 7, verwendet jedoch als Pigment Dibrom-6,14-dichlorpyranthron und das unten beschriebene oberflächenaktive Mittel.

Die Zubereitung gibt rote Einbrennlackierungen, die in Wasser nicht quellbar sind.

b) Herstellung des oberflächenaktiven Mittels:

Ein Kondensationsprodukt aus 4,4-Dihydroxydiphenylpropan und Formaldehyd (1 : 0,5 Mol) wird analog wie in Beispiel 2B) mit 10 Mol Äthylenoxid je Äquivalent Hydroxylgruppe umgesetzt. Das Oxäthylierungsprodukt wird dann entsprechend

2730223

Beispiel 1 mit einem Mol Maleinsäureanhydrid je Moläquivalent Hydroxylgruppe umgesetzt.

Praktisch das gleiche Ergebnis erhält man, wenn man die gleichen Mengen der folgenden oberflächenaktiven Mittel verwendet.

Kondensationsprodukt aus	Mol- verhält- nis	umgesetzt	
		mit Mol Äthylenoxid +)	dann mit 1 Mol +)
4,4-Dihydroxydiphenylpropan/Formaldehyd	1 : 0,5	15	MSA
p-tert.-Butylphenol/Urotropin	1,2 : 1	6	GSA

+ ) je Äquivalent Hydroxylgruppe

MSA = Maleinsäureanhydrid

GSA = Glutarsäureanhydrid.

BASF Aktiengesellschaft

h<sub>0</sub>

809884/0048

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**